

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表平9-503785

(43) 公表日 平成9年(1997)4月15日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I
A 6 1 K 7/027		9271-4C	A 6 1 K 7/027

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 53 頁)

(21) 出願番号	特願平7-511987
(86) (22) 出願日	平成6年(1994)10月11日
(85) 翻訳文提出日	平成8年(1996)4月18日
(86) 国際出願番号	PCT/US94/11510
(87) 国際公開番号	WO95/11000
(87) 国際公開日	平成7年(1995)4月27日
(31) 優先権主張番号	08/138, 665
(32) 優先日	1993年10月18日
(33) 優先権主張国	米国 (U S)
(31) 優先権主張番号	08/317, 449
(32) 優先日	1994年10月7日
(33) 優先権主張国	米国 (U S)

(71) 出願人	ザ、プロクター、エンド、ギャンブル、カンパニー アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナチ、 ワン、プロクター、エンド、ギャンブル、 プラザ (番地なし)
(72) 発明者	エル・ノカリー、マグドナ アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナチ、 ベッドフォード、アベニュー、2357
(72) 発明者	パーター、マイクル リー アメリカ合衆国オハイオ州、オキーナ、カ リフォルニア、ロード、4159
(74) 代理人	弁理士 佐藤 一雄 (外3名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 非発汗性口紅

(57) 【要約】

本発明はワックス、皮膚軟化剤及びゲル化剤を含んだ口紅組成物に関し、その場合にゲル化剤の含有は特に高い湿度及び温度下で皮膚軟化油の保留を容易にする。本発明の口紅は、会合構造を用いることにより、熱力学的に安定なやり方で非極性／親油性媒体で口紅にデリバリーされるモイスチャライザーを含有している。口紅の製造方法も開示されている。

【特許請求の範囲】

1. (a) ワックス 5～90%；

(b) 脂肪、油、脂肪アルコール、脂肪酸エーテル、脂肪酸エステル及びそれらの混合物からなる群より選択される皮膚軟化成分 1～90%；及び

(c) 口紅発汗を避ける上で十分な量のゲル化剤を含んでなり、1.5～3.0 g 力の降伏値と 0.06～0.25 g 力/sec の傾き m 値で規定されるレオロジーを有している口紅組成物。

2. カンデリラ、蜜ロウ、カルナウバ、鯨ロウ、モンタン、オゾケライト、セレシン、パラフィン、改質蜜ロウ、ペイペリー、ヒマシロウ、合成ワックス、微結晶ワックス及びそれらの混合物からなる群より選択され、好ましくはカンデリラ、オゾケライト、パラフィン、微結晶及びそれらの混合物からなる群より選択されるワックス 10～30%、好ましくは 10～20% を含んでいる、請求項 1 に記載の口紅組成物。

3. ワックスが：

a. カンデリラワックス 3～6%；

b. オゾケライトワックス 2～5%；

c. パラフィンワックス 2～5%；及び

d. 微結晶ワックス 1～4%

を含んだワックスの混合物である、請求項 1 に記載の口紅組成物。

4. 10～80%、好ましくは 20～70%、最も好ましくは 40～60% の皮膚軟化成分を含み、皮膚軟化成分がトリグリセリド、炭化水素、シリコーン及びそれらの混合物からなる群より選択される油 5～90%、好ましくは 25～90%、最も好ましくは 70～90% を含んでいる、請求項 1 に記載の口紅組成物。

5. (a) カンデリラ、蜜ロウ、カルナウバ、鯨ロウ、モンタン、オゾケライト、セレシン、パラフィン、改質蜜ロウ、ペイペリー、ヒマシロウ、合成ワックス、微結晶ワックス及びそれらの混合物からなる群より選択されるワックス 5～90%、好ましくは 10～30%、最も好ましくは 10～20%；

(b) 脂肪、油、脂肪アルコール、脂肪酸エーテル、脂肪酸エステル及びそれらの混合物からなる群より選択される皮膚軟化成分1～90%、好ましくは10～80%、更に好ましくは20～70%、最も好ましくは40～60%（上記皮膚軟化成分は好ましくは5～90%、更に好ましくは25～90%、最も好ましくは70～90%の油を含んでいる；好ましくは油は0.3～1以上で互いに異なることがない溶解パラメーターを有している）；

(c) (1) 水、グリセリン、プロピレングリコール、パンテノール、ソルビトール、ブチレングリコール及びそれらの混合物からなる群より選択され、好ましくはグリセリン、プロピレングリコール、パンテノール、ソルビトール、ブチレングリコール及びそれらの混合物からなる群より選択される極性溶媒3～96%、好ましくは5～95%；及び

(2) 両性界面活性剤、アニオン系界面活性剤、カチオン系界面活性剤、ノニオン系界面活性剤及びそれらの混合物からなる群より選択される、環境温度又はそれ以下、好ましくは環境温度以下のクラフト点を有する界面活性剤4～97%、好ましくは5～95%；

から本質的になる、逆ミセル、リオトロピック液晶及びそれらの混合物、好ましくは円柱状逆ミセル、逆六方液晶、ラメラ液晶及びそれらの混合物、最も好ましくはラメラ液晶、逆六方液晶及びそれらの混合物からなる群より選択される界面活性剤会合構造0.1～80%、好ましくは3～75%；及び

(d) 上記油を上記口紅に留める上で十分な量、好ましくは0.1～20%、更に好ましくは1～10%、最も好ましくは2～8%のゲル化剤；

(e) 無水顔料重量ベースで1～20%の着色料；

を含んでなり、1.5～3.0 g力の降伏値と0.06～0.25 g力/secの傾きm値で規定されるレオロジーを有している口紅組成物。

6. ゲル化剤が疎水性シリカ、有効量の活性剤を含有した疎水性土、プロピレンカーボネート、エチルセルロース、N-アシルアミノ酸アミド、N-アシルアミノ酸エステル及びそれらの混合物からなる群より選択され、好ましくは疎水性シリカ、疎水性土と、疎水性土用に有効量の活性剤を含有した、好ましくは1

：1 比の疎水性シリカ及び疎水性土の混合物（活性剤はプロピレンカーボネートであり、土対活性剤の比率は3：1である）からなる群より選択される、請求項5に記載の口紅組成物。

7. ラメラ液晶が実質上1相であり、逆ミセルが網状組織化した球状構造、細長状構造、円柱状構造、フィラメント構造又はそれらの混合物を形成するように凝集している、請求項19に記載の口紅組成物。

8. 口紅組成物が実質上ヒマシ油を含んでいない、請求項13に記載の口紅組成物。

9. 口紅組成物が実質上水を含んでいない、請求項13に記載の口紅組成物。

10. 1) ゲル化剤、油、液体皮膚軟化剤及び顔料を撈拌しながらミックスする；

2) 極性溶媒及び界面活性剤をミックスすることにより会合構造を作る；

3) (2) の混合物にワックス及びいずれかの任意成分を加えてミックスし、得られた混合物を85℃に加熱する；

4) 油が溶解されるまで(1) の混合物を加熱して撈拌する；

5) 均一混合物になるまで(4) の混合物を撈拌しながら(3) の混合物に加える；及び

6) 均一混合物を成形する；

ステップからなる口紅組成物の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

### 非発汗性口紅

#### 発明の分野

本発明は、良好な油保留性を示す、ワックス、皮膚軟化剤及びゲル化剤を含んだ口紅組成物に関する。上記口紅は唇に良好な潤いを与える。

#### 発明の背景

口紅はワックス及び皮膚軟化剤のような固体、半固体及び液体脂質の複合混合物である。グリセリドを含有しないこと以外は油脂と類似した高分子量の化合物の低融点有機混合物であるワックスは、1相固体構造中に存在する油を懸濁又は共溶解させるために市販口紅で典型的に用いられている。

口紅の表面への油の排出である発汗は、このような市販口紅に共通した問題である。発汗はワックス網状組織の劣った油結合能力及び／又は過飽和を起こす高油含有率のせいで典型的に生じる。温度が上昇すると、網状組織と油との相互作用が変化して、発汗が生じる。この現象はいかなる気候でも生じうるが、亜熱帯及び熱帯気候で最も生じやすい。

参考のため本明細書に組み込まれる、1994年3月31日付で公開されたPCT特許出願第WO94/06400号及び1993年11月25日付で公開された第WO93/03887号明細書で開示された口紅組成物は、グリセリンのような皮膚軟化剤を含有している。これらのタイプの口紅は特に発汗しやすく、その理由は吸湿性であるグリセリンが環境雰囲気から水を誘引して、その水がスティックのマトリックスで油に置き換わるからである。これはこのような口紅組成物が高い湿度及び温度条件下、即ち約30℃及び相対湿度約70%以上で貯蔵されたとき特に顕著である。

ゲル化剤を口紅処方に加えると皮膚軟化油をゲル化させ、高い温度及び相対湿度でかなりの期間にわたり上記口紅を耐発汗性又は非発汗性にすることが発見された。通常、本発明の口紅は約90°F（32℃）及び相対湿度約90%で少くとも約5日間、好ましくは少くとも約10日間発汗しない。更に、本発明の口紅は不都合な条件から引き離すと排出された油を再吸収する。

本明細書で表示されたすべてのパーセンテージは重量パーセンテージによる。

#### 発明の要旨

本発明は、特に口紅が高湿度に付されたとき、口紅の外表面上に油が集まることを避けながら、唇に皮膚軟化剤をデリバリーするようにデザインされた口紅組成物に関する。口紅組成物は潤い、長期耐用性及び良好な感触を与える。上記口紅組成物は：

(a) ワックス約5～約90%；

(b) 脂肪、油、脂肪アルコール、脂肪酸エーテル、脂肪酸エステル及びそれらの混合物からなる群より選択される皮膚軟化剤約1～約90%；及び

(c) 口紅発汗を避ける上で十分な量のゲル化剤

を含んでなり、上記口紅組成物は約1.5～約3.0 g力の降伏値と約0.06～約0.25 g力/secの定常剪断値で規定されるレオロジーを有している。

本発明は、唇への上記皮膚軟化剤のデリバリーを更に容易にする会合構造を更に含んだ、上記のような口紅組成物にも関する。界面活性剤会合構造を含んだ上記口紅組成物は、好ましくはワックス及び油成分に適合した溶解性を有し、更にカップリング剤を含み、ヒマシ油を実質上含まない。

#### 発明の具体的な説明

##### 定義

本明細書で用いられるすべての成分は、組成物の重量%として表示されている。

本明細書で用いられる“固体物質”という用語は、界面活性剤会合構造を吸着

できるあらゆる固体口紅成分に関する。固体には口紅で常用されるワックス、固体脂肪、ワキシー乳化剤又は顔料がある。

本明細書で用いられる“着色剤”には顔料、色素、着色料、レーキ及びパールを含む。着色剤は無水重量ベースで測定される。

本明細書で用いられる“界面活性剤”という用語は、性質上両親媒性である低分子量又はモノマー非重合有機化合物に関し、即ちそれは親水及び疎水基を有しており、表面又は界面に吸着して表面張力を低下させる顕著な傾向を示す。界面

活性剤又は乳化剤は、それらが水性媒体中でイオン化するかどうかに基づき、ノニオン系（無電荷）、アニオン系（負電荷）、カチオン系（正電荷）及び両性（両電荷）に分けられる。界面活性剤は天然油脂及び原油から誘導される。本明細書で用いられる“界面活性剤”という用語は、単一の有機化合物だけでなく、界面活性剤の混合物にも関する。

本明細書で用いられる“レシチン”という用語は、ホスファチドである物質に関する。天然又は合成ホスファチドが使用できる。ホスファチジルコリン又はレシチンは、リン酸のコリンエステルと、2つの脂肪酸、通常16～20の炭素及び4以内の二重結合を有した長鎖飽和又は不飽和脂肪酸とでエステル化されたグリセリンである。会合構造、好ましくはラメラ又は六方液晶を形成できる他のホスファチドもレシチンの代わりに又はそれと組合せて使用できる。他のホスファチドもレシチンの場合のような2つの脂肪酸とのグリセロールエステルであるが、コリンはエタノールアミン（セファリン）、セリン（ $\alpha$ -アミノプロパン酸；ホスファチジルセリン）又はイノシトール（ホスファチジルイノシトール）に代わっている。

本明細書で用いられる“溶媒”とは、界面活性剤と界面活性剤会合構造を形成できる極性又は非極性物質を意味する。極性溶媒の一部の例にはグリセリン、パンテノール（好ましくは、グリセリン又はアルコールとミックスされたパンテノール）、プロピレングリコール、ブチレングリコール、水、アルコール、アルカンジオール、ポリエチレングリコール、ソルビトール、マリトール及びそれらの混合物がある。

必須成分

#### A. ワックス

ワックスは口紅で凝固剤として作用する。それは口紅の固体構造の形成を補助する。ワックスは高分子量物質の有機化合物又は混合物から構成され、環境温度／室温で固体である。ワックスは炭化水素であるか、あるいは脂肪酸及び脂肪アルコールのエステルである。ワックスは熱可塑性である。天然、鉱物及び合成ワックスが本発明で使用できる。本明細書で用いられる“ワックス”とは単一タイ

ブのワックスだけではなく、混合物にも関する。

天然ワックスには動物源、例えば蜜ロウ、鯨ロウ、ラノリン、セラックワックス、又は植物源、例えばカルナウバ、カンデリラ、ベイベリー、サトウキビワックス、あるいは鉱物源、例えばオゾケライト、セレシン、モンタン、パラフィン、微結晶ワックス、石油及びワセリンワックスがある。合成ワックスにはポリオールエーテル-エステル、例えばカルボワックス及び炭化水素タイプワックス、シリコンワックスとポリエチレンワックスがある。通常、本発明で有用なワックスは約55～約110℃の融点を有し、C<sub>8</sub>-C<sub>50</sub>炭化水素ワックスから選択される。

本組成物で有用なワックスはカンデリラ、蜜ロウ、カルナウバ、鯨ロウ、モンタン、オゾケライト、セレシン、パラフィン、改質蜜ロウ、ベイベリー、ヒマシワックス、合成ワックス、微結晶ワックス及びそれらの混合物からなる群より選択される。更に好ましくは、ワックスは微結晶、鯨ロウ、カンデリラ、改質蜜ロウ、カルナウバ、オゾケライト、パラフィン、セレシン及びそれらの混合物からなる群より選択される。最も好ましくは、ワックスはカンデリラ、オゾケライト、

パラフィン、微結晶及びそれらの混合物からなる群より選択される。本発明で用いられるワックスの特に好ましい混合物は：

- a. カンデリラワックス約3～約6%；
- b. オゾケライトワックス約2～約5%；
- c. パラフィンワックス約2～約5%；及び
- d. 微結晶ワックス約1～約4%

を含んでいる。

用いられるワックスの量は口紅組成物の約5～約90%、好ましくは約10～約30%、最も好ましくは約10～約20%である。

#### B. 皮膚軟化剤成分

本発明の皮膚軟化剤成分は塗布及び付着を助け、光沢を出し、最も重要なことには吸蔵的な潤いを出す。本明細書で用いられる“皮膚軟化剤”とは、C.T.F.A.



Cosmetic Ingredient Handbook, page 572, 1992で開示されたような、皮膚をコンディショニングする皮膚軟化剤、保湿剤、吸蔵剤及び他の様々な成分を含めたスキンコンディショニング剤を意味する。上記皮膚軟化剤は脂肪、油、脂肪アルコール、脂肪酸、脂肪酸エーテル、脂肪酸エステル及びそれらの混合物からなる群より選択される。上記皮膚軟化剤成分は、典型的には約5～約90%、好ましくは約25～約90%、最も好ましくは約70～約90%の油を含む。

油とは、環境温度で液体の有機物質である物質をいう。それらはエステル、トリグリセリド、炭化水素及びシリコンである。これらは単一物質でも、あるいは1種以上の物質の混合物であってもよい。油は皮膚軟化剤として作用し、口紅に望ましい皮膚感特徴及び粘度を付与する。適切な油にはカプリル酸トリグリセリド、カプリン酸トリグリセリド、イソステアリン酸トリグリセリド、アジピン酸トリグリセリド、プロピレングリコールミリスチルアセテート、ラノリン、ラノリン油、ポリブテン、パルミチン酸イソプロピル、ミリスチン酸イソプロピル

イソステアリン酸イソプロピル、セバシン酸ジエチル、アジピン酸ジイソプロピル、酢酸トコフェリル、リノール酸トコフェリル、ステアリン酸ヘキサデシル、乳酸エチル、オレイン酸セチル、リシノール酸セチル、オレイルアルコール、ヘキサデシルアルコール、ヒドロキシステアリン酸オクチル、オクチルドデカノール、小麦芽油、水素付加植物油、ワセリン、改質ラノリン、分岐鎖炭化水素、アルコール及びエステル、コーン油、綿実油、オリーブ油、パーム核油、菜種油、サフラワー油、ハホバ油、イブニングプリムローズ油、アボカド油、鮎油、シアバター、パルミチン酸オクチル、マレイン酸処理大豆油、トリオクタン酸グリセロール、ジイソプロピルダイメレート、フェニルトリメチコンを含めた揮発性及び不揮発性シリコン油とそれらの混合物がある。

界面活性剤会合構造を含んだ本発明の口紅は、実質上ヒマシ油を含まない口紅でモイスタライザーをデリバリーするために使用できることが発見された。界面活性剤会合構造を含んだ本発明の口紅組成物からヒマシ油を除去すると皮膚軟化剤を最良にでき、こうしてより滑らかな皮膚軟化剤を利用することでモイスト

ャライジング効果と低い粘着性のようなより消費者に許容される感覚を与える。ヒマシ油を除去する追加効果はヒマシ油臭の除去である。実質上ヒマシ油を含まないとは、口紅が約0.1%以下、好ましくは約0.01%以下、最も好ましくは約0.001%以下でヒマシ油を含むことを意味する。

本発明で使用上好ましい油はカプリル酸トリグリセリド、カプリン酸トリグリセリド、イソステアリン酸トリグリセリド、アジピン酸トリグリセリド、フェニルトリメチコン、ラノリン油、ポリブテン、パルミチン酸イソプロピル、イソノナン酸イソノニル、イソステアリン酸イソプロピル、リシノール酸セチル、オクチルドデカノール、オレイルアルコール、水素付加植物油、改質ラノリン、パルミチン酸オクチル、ラノリン油、マレイン酸処理大豆油、リシノール酸セチル、トリオクタン酸グリセリル、ジイソプロピルダイメレート、合成ラノリン誘導体

分岐鎖状アルコール及びそれらの混合物である。

好ましくは、用いられる油は、用いられる油のタイプの大部分（少くとも約75%、好ましくは少くとも約80%、最も好ましくは少くとも約99%）が約0.3～約1、好ましくは約0.5～約0.8以上に異なることがない溶解パラメーターを有するように選択される。例えば、使用上更に好ましい油はラノリン油、パルミチン酸オクチル及びパルミチン酸イソプロピル、イソノナン酸イソノニル及びそれらの混合物である。それらの各溶解パラメーターは7.3、7.4及び7.8である。このため、溶解パラメーターは約0.5より大きく異なることはない（参考のため本明細書に組み込まれる“Cosmetics & Toiletries”, Vol. 103, October, 1988, p. 64で報告されているような溶解パラメーター）。利用される油及びワックスが適合した溶解度を有することも好ましい。

本発明で使用上更に好ましい油は約7.3～約7.8の溶解パラメーターを有する。本発明で使用上更に好ましい油の例はラノリン油、パルミチン酸オクチル、パルミチン酸イソプロピル、イソノナン酸イソノニル及びそれらの混合物である。

好ましくは、油はそれらの発汗傾向のために本発明で最少に抑制される。本発

明の好ましい態様では、組成物が約40%以上の油を含むとき、カップリング剤を利用する。

使用に適した皮膚軟化剤はイソステアリン酸誘導体、パルミチン酸イソプロピル、界面活性剤、ラノリン油、ジイソプロピルダイメレート、マレイン酸処理大豆油、パルミチン酸オクチル、イソステアリン酸イソプロピル、ヒドロキシステアリン酸オクチル、乳酸セチル、リシノール酸セチル、酢酸トコフェリル、アセチル化ラノリンアルコール、酢酸セチル、レシチン、フェニルトリメチコン、オレイン酸グリセリル、リノール酸トコフェリル、小麦麦芽グリセリド、プロピオン酸アラキシル、パルミチン酸イソプロピル、乳酸ミリスチル、オレイン酸デシル、プロピレングリコールリシノレエート、イソプロピルラノレート、テトラス

テアリン酸ペンタエリトリチル、ジカプリル酸/ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、水素付加ココグリセリド、イソノナン酸イソトリデシル、イソノナン酸イソノニル、ミリスチン酸ミリスチル、クエン酸トリイソセチル、セチルアルコール、オクチルドデカノール、オレイルアルコール、パンテノール、ラノリンアルコール、リノール酸、リノレン酸及びそれらの混合物である。

以下で開示されるような、界面活性剤会合構造を形成するために用いられる過剰の極性及び非極性溶媒、特にグリセリンのような極性溶媒は、皮膚軟化剤として使用できる。他の好ましい極性溶媒皮膚軟化剤にはピロリドンカルボン酸、乳酸ナトリウム又は乳酸、尿素コラーゲン、 $\alpha$ -ヒドロキシプロピルグリセリルエーテル $\alpha$ -ヒドロキシ酸（例えば、エチルグリコール酸、ロイシン酸、マンデル酸、グリコール酸）、グルコサミン及びエラスチン繊維、D-パンテノール、アクラントイン及びヒアルロン酸と硫酸コンドロイチンがある。これらの一部は極性液体中に溶解することにより会合構造でデリバリーできることに留意せよ。

皮膚軟化剤は口紅組成物の約1~約90%、好ましくは約10~約80%、更に好ましくは約20~約70%、最も好ましくは約40~約60%である。

### C. ゲル化剤

本発明では、ゲル化剤は本発明の口紅マトリックスにおいて油の保留に関与している網状組織をスティックマトリックスで作るために用いられる。使用上適し

たゲル化剤は疎水性シリカ、有効量の活性剤を含有した疎水性土、プロピレンカーボネート、エチルセルロース、N - アシルアミノ酸アミド、N - アシルアミノ酸エステル及びそれらの混合物からなる群より選択される。使用上好ましいゲル化剤は疎水性シリカ、有効量の活性剤を含有した疎水性土及びそれらの混合物である。ゲル化剤は口紅マトリックスで油を留めるために十分だが、口紅の望ましいレオロジーを変化させて、それにより唇に適用されたときの望ましい塗布性及び唇感に否定的影響を与えるほどには多くない量で用いられる。

望ましいレオロジーは、インストロン(Instron)のような当業界で知られる圧縮/力測定装置を利用することにより調べられる。小さな円筒プローブ(0.25mm外径を有する固体プローブ)がロードセルにしっかりと装着される。上記プローブは2.0インチ/minの速度でサンプルの端から0.3mm以上離れた箇所サンプル中に機械的手段により下方に押し出される。前の測定が行われた箇所から0.2mm以上離れた箇所複数回の測定がサンプルで行われる。サンプル中に侵入する上で要する力はグラフのY軸上にプロットし、対応時間値はX軸上にプロットして、サンプルに関する力/時間曲線を作成する。曲線の外挿Y切片(時間はゼロである)はサンプルの降伏値に相当し、力/時間で測定された曲線の傾きmはサンプルの定常剪断粘度値に相当する。本発明の口紅は約1.5~約3.0g力の降伏値と、約0.06~約0.25g力/secの傾きm値を有する。この方法の更に詳細な説明は、参考のため本明細書に組み込まれる、1984年6月19日付で発行されたHongらの米国特許第4,455,333号明細書で見られる。

本発明において、用いられるゲル化剤の十分なレベルは、典型的には口紅組成物の約0.1~約20%、好ましくは約1.0~約10%、最も好ましくは約2.0~約8%である。

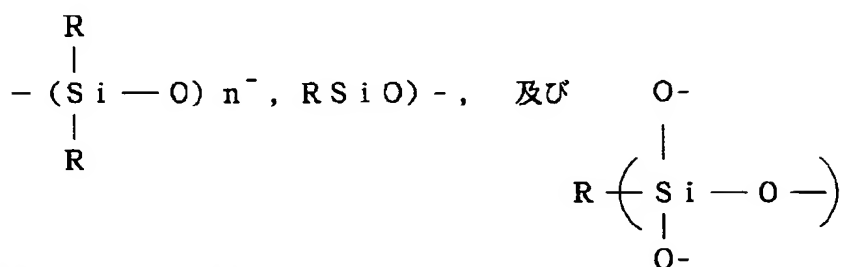
#### 1. 疎水性シリカ

本発明で用いられる疎水性シリカは、疎水性にするように誘導された非常に細かなコロイド性二酸化ケイ素である。好ましくは、粒子は約50nm以下の平均径を有し、通常約7~約40nmの範囲内である。最も好ましくは、粒子は7~

30 nmの範囲内である。これらの粒子は約50～約380 m<sup>2</sup>/gの範囲内で表面積を有している。それより小さな粒子はヒュームドシリカである。スプレードライも本発明で使用に適した疎水性シリカを得るために使用できる。

疎水性シリカは、ハロシラン、アルコキシシラン及びシロキサンを用いて表面

上のシラノール基(SiOH)を化学的に変えることにより、親水性シリカから作られる。シランは有機基、例えばアルキル、シクロアルキル又はアリール基を有している。これらの物質は二酸化ケイ素の表面上で炭素と化学結合を形成し、即ち炭素-ケイ素結合が形成される。有機(オルガノ)基は粒子の外端にあるシリカで置換されている。有機基はC<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>アルキル、シクロアルキル及びアリール基の群から選択されるいずれのヒドロカルビル基であつてもよい。好ましい有機基はメチル、エチル、プロピル、ブチル、シクロヘキシル、フェニル、ベンジル及びメチルフェニルである。



のような基はすべて疎水性であり、ここでRはC<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>アルキル、アリール又はシクロアルキル基である。好ましくはRはメチル、エチル又はオクチルであり、最も好ましくはRはメチルである。撥水以外にも、疎水性シリカは低い水蒸気吸収性と低いシラノール基密度を有する点で親水性物質とは異なる。一般的に、約10～100%のシラノール基が誘導化される。好ましくは、少なくとも50%のシラノール基が誘導化される。

適切な疎水性シリカはデグッサ社(Degussa Corporation)(Ridgefield Park, New Jersey)から商品名エアロシル(Aerosil)として市販されている。使用上好ましいのはエアロシル200、エアロシルR972、エアロシルR974、エアロシルR8125及びエアロシルR202である。使用上最も好ましいのは、二重処理されたエアロシルR812Sである。他の適切な疎水性シリカは商品名

Cab-O-Sil TS-530、TS-610及びTS-720としてキャボット(Cabot)(Tuscola, Illinois)から生産されている。使用上好ましいのはCab-O-Sil TS-720及びTS-530である。

疎水性シリカは、口紅組成物の約0.1～約10%、好ましくは約2～約8%、最も好ましくは約5～約7%である。好ましくは、疎水性シリカは有効量の活性剤を含有した疎水性土、アミノ酸ゼラチン化剤及びそれらの混合物と併用される。更に好ましくは、疎水性シリカは活性剤として有効量のプロピレンカーボネート及びベントナイト土と併用される。

好ましくは疎水性シリカを他のゲル化剤と併用するとき、疎水性シリカ対他のゲル化剤の比率は約1:1であるか、あるいは疎水性シリカの容量が他のゲル化剤の容量に等しいか又はそれより大きくなるような比率である。

## 2. 疎水性土(粘土)

使用に適した疎水性土は疎水性処理ヘクトライト及びベントナイト土である。多数のこのようなヘクトライト土が市販されている。それらには例えばレオックス社(Rheox Corp)から販売されるベントン(Bentone)38がある。本発明で有用なこのようなベントナイト土には、例えばレオックス社から販売されるベントン27及び38がある。

組成物のヘクトライト及びベントナイト土鉱物は、アルミニウム/酸素原子又はマグネシウム/酸素原子のシートが2層のシリコン/酸素原子、即ちアルミノシリケートとマグネシウムシリケートとの間に存在する膨脹性(膨潤性)3層土として記載することができ、少くとも約50 meq/100 g土、好ましくは少くとも約60 meq/100 g土のイオン交換能を有する。土を記載するために用いられる“膨脹性”という用語は、水との接触で膨潤又は膨脹される積層土構造の能力に関する。このようなヘクトライト及びベントナイト土はGrim, Clay Mineralogy(2nd. Ed.), pp. 77-79(1968)及びVan Olphen, An Introduction to

Clay colloid Chemistry(2nd. Ed.), pp. 64-76(1977)で記載されており、双方とも参考のため本明細書に組み込まれる。

本発明の組成物で用いられる土鉱物は、限定されないが、プロトン、ナトリウ

ムイオン、カリウムイオン、カルシウムイオン、マグネシウムイオン、リチウムイオン等を含めた交換しうるカチオンを含有している。

主に又は排他的に吸収される1つのカチオンに基づいて土を区別することが通例である。例えば、ナトリウム土は吸収されるカチオンが主にナトリウムであるものである。本明細書で用いられるヘクトライト土のような土という用語には、その土のすべての様々な交換しうるカチオン変種、例えばナトリウムヘクトライト、カリウムヘクトライト、リチウムヘクトライト、マグネシウムヘクトライト、カルシウムヘクトライト等を含む。

本発明の組成物で用いられる土鉱物は、それらをカチオン系界面活性物質で処理することにより疎水性にされる。好ましいカチオン系界面活性剤は四級アンモニウムカチオン系界面活性剤である。特に好ましいカチオン系界面活性剤はジタロウジメチルアンモニウムクロリド（例えば、クォータニウム-18）である。

使用上好ましい土は、レオックス社のベントン27及びベントン38である。

本発明の組成物は、本発明の疎水性処理土で油をゲル化させることができる有効量の“活性剤”をヘクトライト及びベントナイト土のときに含有している。例えばプロピレンカーボネート、エタノール及びそれらの混合物を含めて、多数のこのような活性剤が当業界で知られている。使用上好ましい活性剤はプロピレンカーボネートである。好ましくは、土対活性剤の比率は約3:1である。好ましくは、疎水性土及び活性剤は、他のゲル化剤、好ましくは疎水性シリカと併用され、好ましくは約1:1比の土対シリカで用いられる。

### 3. プロピレンカーボネート

プロピレンカーボネートも本発明でゲル化剤として用いてよい。C.T.F.A.

International Cosmetic Ingredient Dictionary, 1991, p. 491で開示されたようなプロピレンカーボネートは、そこで掲載されたようないくつかの市販元から入手できる。

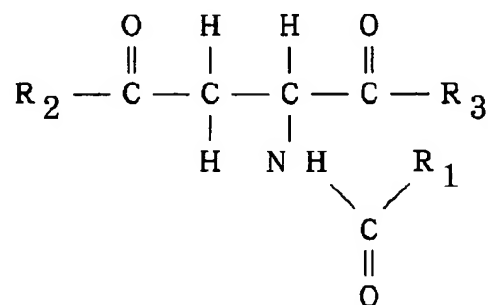
### 4. エチルセルロース

エチルセルロースも本発明でゲル化剤として用いてよい。C.T.F.A. International Cosmetic Ingredient Dictionary, 1991, p. 196で開示されたようなエチルセ

ルロースは、ダウ・ケミカル(Dow Chemical)〔エトセル(Ethocel)〕の好ましい市販エチルセルロースを含めて、いくつかの市販元から入手できる。

#### 5. N - アシルアミノ酸誘導体

本発明のゲル化剤には、参考のため本明細書に組み込まれる、1993年11月25日付で公開されたPCT出願第WO93/03887号明細書で開示されたようなN - アシルアミノ酸アミド及びN - アシルアミノ酸エステルがある。通常GP - 1と称されるこれらのゲル化剤は、グルタミン酸、アラニン、リジン、グルタミン、アスパラギン酸及びそれらの混合物から製造される。下記構造を有するN - アシルグルタミン酸アミド及びN - アシルグルタミン酸エステルが好ましい：



上記式中：

- (a) R<sub>1</sub>はアルキル又はアリールである；
- (b) R<sub>2</sub>及びR<sub>3</sub>は独立してアルキル又はアリールエステル又はアミドである；

R<sub>2</sub>及びR<sub>3</sub>は好ましくは同一である。

d及び1双方のアミノ酸が本発明で有効だが、しかしながら天然アミノ酸（1異性体）が好ましい。好ましい二級ゲル化剤にはN - ラウロイルグルタミン酸ジエチルアミド、N - ラウロイルグルタミン酸ジブチルアミド、N - ラウロイルグルタミン酸ジヘキシルアミド、N - ラウロイルグルタミン酸ジオクチルアミド、N - ラウロイルグルタミン酸ジデシルアミド、N - ラウロイルグルタミン酸ジドデシルアミド、N - ラウロイルグルタミン酸ジテトラデシルアミド、N - ラウロイルグルタミン酸ジヘキサデシルアミド、N - ラウロイルグルタミン酸ジステアシルアミド、N - ステアロイルグルタミン酸ジブチルアミド、N - ステアロイル



グルタミン酸ジヘキシルアミド、N - ステアロイルグルタミン酸ジヘプチルアミド、N - ステアロイルグルタミン酸ジオクチルアミド、N - ステアロイルグルタミン酸ジデシルアミド、N - ステアロイルグルタミン酸ジドデシルアミド、N - ステアロイルグルタミン酸ジテトラデシルアミド、N - ステアロイルグルタミン酸ジヘキサデシルアミド、N - ステアロイルグルタミン酸ジステアリルアミド及びそれらの混合物がある。更に好ましい二級ゲル化剤にはN - ラウロイルグルタミン酸ジブチルアミド、N - ステアロイルグルタミン酸ジヘキシルアミド及びそれらの混合物がある。

#### 界面活性剤会合構造

本発明の口紅組成物は：

- (1) 極性溶媒約3～約96重量%；及び
- (2) ほぼ環境温度又はそれ以下のクラフト点を有する界面活性剤約4～約97重量%

から本質的になる界面活性剤会合構造約0.1～約80%を更に含んでもよい。上記界面活性剤会合構造はモイスチャライザー／極性溶媒（不連続相）を熱力学的に結合させて、それらを主要非極性親油性マトリックス（連続相）にデリ

バリーする上で役立つ。これらの構造の使用は、高レベルのモイスチャライザーの配合を行えるようにモイスチャライザー／極性溶媒を熱力学的に結合させ、しかもモイスチャライザー／極性溶媒の全体的に優れた安定性を示して、良好な感触を与える手段も提供できる。

ほぼ環境温度（約20℃）又はそれ以下のクラフト点を有する界面活性剤又は界面活性剤の混合物とモイスチャライザー／極性溶媒から本質的になる界面活性剤会合構造は、モイスチャライザー／極性溶媒を熱力学的に結合して、親油性マトリックスに均一に吸収させ、しかも良好な感触と唇にモイスチャライザーをデリバリーする手段を与えることが発見された。このため、本発明の好ましい会合構造は、離液、即ち親水性物質の分離なしに、モイスチャライザー／極性溶媒をデリバリーするために使用できる。

本明細書で用いられる“会合構造”とは、環境温度で界面活性剤の混合物、界

面活性剤と極性溶媒の混合物、あるいは極性溶媒又は極性溶媒に可溶性な活性剤の混合物により形成される逆ミセル及び離液性液晶構造に関する。液晶状態は固体及び液体状態間の中間状態である。それは中間相 (mesomorphic) 状態としばしば呼ばれる。本発明の会合構造は熱力学的に安定である。それらは超遠心に付されたときに極性溶媒を分離させるゲル又はエマルジョンと区別できる。分離とは、通常少くとも50%、更に普通には少くとも80%、普通には少くとも99%の極性溶媒が超遠心で分離することを意味する。

文献によれば、会合構造は異方性流体、あるいは立方晶相の場合には等方性流体、第四状態の物質、液晶、凝集物又は中間相とも称される。これらの用語は互換的に用いられる。会合構造又は凝集物は、参考のため本明細書に組み込まれる、文献Lyotropic Liquid Crystals, Stig Friberg (Ed.), American Chemical Society, Washington, D. C., 1976, pp. 13-27で一般的に開示されている。

本発明の好ましい会合構造は、望ましい会合構造を形成するために、ほぼ環境

温度又はそれ以下のクラフト点を有する界面活性剤を十分量の極性溶媒とミックスすることにより作られる。各界面活性剤は、界面活性剤会合構造が界面活性剤の化学構造、用いられる溶媒のタイプ及び不純物の存在に応じて存在するような温度及び濃度範囲を有している。液晶相は剪断下で流動し、その等方性液相の粘度とは有意に異なる粘度で特徴付けられる。硬質ゲルは液晶のように剪断下で流動しない。しかも、偏光顕微鏡で観察されたとき、液晶は例えば平面ラメラ複屈折のような同一視しうる複屈折を示し、一方等方性溶液及び硬質ゲルは偏光下で観察すると双方とも暗視野を示す。この検出方法の例外は、偏光顕微鏡で検出できないが、X線回折で検出できる、例えば立方晶相で起きることがある。当業者により常用される他の検出方法は後で示されている。

界面活性剤と極性溶媒とのゲル又はエマルジョンを脂肪、油、ワックス又は他の疎水性媒体に加えると、その組成物が熱力学的に安定でなく、容易にミックスできないことから、しばしば許容されない結果を示すことがある。油／水及び界面活性剤を乳化させても、熱力学的に安定な系を与えない。極性溶媒は貯蔵又は使用時に、及び温度変化で分離すると予想されている。本発明の会合構造を同系

に加えると貯蔵時に安定な系を与えるのは、界面活性剤と極性溶媒との界面活性剤会合構造が熱力学的に安定で、ワックスに吸着するからである。会合構造は温度の広い変化、例えば環境温度から約100℃まで耐えることができる。極性溶媒は多層内で結合されており、超遠心されたときであっても分離しない。

ミセルは溶液中の多分子凝集物である。正常なミセルはクラフト温度で生じる臨界ミセル濃度以上の界面活性剤溶液中で優勢である。親油基は凝集物の液体様内部で蓄積していく。親水基は水の方か又はその逆に向く。炭化水素環境中の“反転した”ミセルはそれらの極性基をミセルの内部に積み重ねる。これらの逆ミセルは凝集して球状、細長状、円柱状、フィラメント（虫様又は繊維様）構造又はそれらの混合物を形成することができ、これは炭化水素環境で網状組織化で

きる。本明細書で用いられる“逆ミセル”という用語は、球状、細長状、円柱状、フィラメント構造及び／又はそれらの混合物である逆ミセルのこれら凝集物に関する。球状逆ミセルは液体様であり、それらが大きく、即ち細長状になるとき、それらはゲル様である。

会合構造の1つのタイプ、液晶は第四状態の物質である。それらは固相等方性液相との境界の間（即ち、三次元規則的結晶状態と不規則溶解状態との中間）に存在する。この状態において、固相の分子秩序特徴の一部は分子界面活性剤会合構造及び長距離分子間相互作用のために液状で留まる。典型的には液晶と称される中間相を形成する一部化合物の能力はほぼ1世紀前に観察された。

サーモトロピック液晶は、それらがもはやこれ以上だと安定でない温度で固体結晶を加熱することにより得られる。このようなサーモトロピック液晶は我々の毎日の生活で周知であり、それらが温度及び／又は磁場及び／又は電場で色のパリエーションを示すような多数の適用例を有している。それらは細長い分子により形成され、それらの可視的インパクト（活性剤の視覚化）のため一部の化粧品で用いられている。リोटロピック液晶は特定範囲の濃度及び温度にわたる界面活性剤と溶媒との相互作用から生じる。低分子量リोटロピック液晶、即ち低分子量乳化剤又は有機両親媒性化合物（石鹸、レシチン又は長鎖脂肪酸モノグリセリドとして極性及び非極性双方の基を有する化合物）から形成される液晶は薬物

、フレーバー、栄養分及び他の化合物を封入して、それらのデリバリービヒクルとして作用することが知られている。

本発明の会合構造は：

a) 逆ミセル：

(1) 球状逆ミセル、細長い逆ミセル、二連続相又はL 2相としても当業界で知られる逆ミセル；

(2) 網状組織逆円柱、連結円柱状逆ミセル構造又は連結円柱としても当業界

で知られる円柱状逆ミセル又は逆連結棒形、虫様又は繊維様液晶；及び

b) リオトロピック液晶：

(1) 六方晶II又はF相としても当業界で知られる逆六方液晶；

(2) 粘稠等方性及びI<sub>2</sub>相としても当業界で知られる立方液晶；

(3) L $\alpha$ ニート相及びD相としても当業界で知られるラメラ液晶である。

本発明の界面活性剤会合構造は逆ミセル、リオトロピック液晶及びそれらの混合物からなる群より選択される。

好ましい会合構造は円柱状逆ミセル、逆六方液晶、ラメラ液晶及びそれらの混合物である。最も好ましい会合構造はラメラ液晶、逆六方液晶及びそれらの混合物である。会合構造は下記相：2相液晶、1相液晶、逆ミセル/液晶相又は液晶/溶媒相をとることができる。好ましくは、液晶は実質上1相又は2液晶相であり、即ち少くとも約90%、更に好ましくは約98%、最も好ましくは少くとも約99%の界面活性剤会合構造が液晶の形をとる。

好ましい会合構造は口紅組成物の約0.1～約80%である。好ましくは、会合構造は約3～約75%、更に好ましくは約10～約65%であり、最も好ましくは口紅組成物の約30～約60%が会合構造である。

#### 界面活性剤

本発明の好ましい会合構造を作る上で有用な界面活性剤は、極性溶媒とミックスされたとき、環境温度で会合構造、好ましくはラメラ液晶又は逆六方晶を形成できるものである。本明細書で用いられる環境温度/室温とは、典型的には約20℃を意味する。通常、環境温度は地理的位置、即ち亜熱帯vs. 温帯性地方のよ

うな変動要因に応じて約18～約27℃、好ましくは約20～約25℃の範囲である。当業者であれば、会合構造が環境温度で生じるかどうかを調べることができる。

クラフト点の定義は当業界で周知であり、当業者であれば界面活性剤のクラフ

ト点を決定できる。一般的に、クラフト点とは界面活性剤の炭化水素鎖の融点である。それは、臨界ミセル濃度を超えてミセルが生じるために、水中における会合コロイドの溶解度が突然増加する温度としても表示できる。参考のため本明細書に組み込まれるEkwall, P., "Composition, Properties and Structure of Liquid Crystalline Phases in Systems of Amphiphilic Compounds" (両親媒性化合物の系における液晶相の組成、性質及び構造), Advances in Liquid Crystals, Vol. 1, Chapter I, p. 81参照。

会合構造を形成する能力を証明するために界面活性剤及び極性溶媒のサンプル組合せを調製する上で、界面活性剤は界面活性剤会合構造が環境温度で生じうるほど十分に極性溶媒に可溶性でなければならない。当業者であれば適合する相互作用を決めることができる。

環境温度で会合構造を形成して、化粧品で使用に適した界面活性剤であれば、本発明で使用に適している。化粧品で使用に適した界面活性剤は皮膚科学又は毒性学上の問題を起こさない。アニオン系界面活性剤、ノニオン系界面活性剤、カチオン系界面活性剤、両性界面活性剤及びそれらの混合物が使用に適している。好ましくは、ほぼ環境温度又はそれ以下のクラフト点を有するアニオン系界面活性剤、ノニオン系界面活性剤、カチオン系界面活性剤、両性界面活性剤及びそれらの混合物が用いられる。更に好ましくは、ほぼ環境温度又はそれ以下のクラフト点を有するノニオン系界面活性剤、カチオン系界面活性剤、両性界面活性剤及びそれらの混合物が用いられる。

使用に適したアニオン系界面活性剤のタイプは石鹼；スルホネート類、例えばアルカンスルホネート（例えば、 $x \neq 1$ の分岐鎖状 $x$ -アルカンスルホン酸ナトリウム）、パラフィンスルホネート、アルキルベンゼンスルホネート、 $\alpha$ -オレフィンスルホネート、スルホサクシネート及びスルホサクシネートエステル（例

えば、ジオクチルナトリウム及びジナトリウムラウレススルホサクシネート)、

イセチオネート、アシルイセチオネート(例えば、2-ラウロイルオキシエタン  
スルホン酸ナトリウム)及び脂肪酸のスルファルキルアミド、特にN-アシルメ  
チルタウリド;サルフェート類、例えばアルキルサルフェート、エトキシ化アル  
キルサルフェート、硫酸化モノグリセリド、硫酸化アルカノールアミド及び硫  
酸化油脂;カルボキシレート類、例えば $C_{12}$ 以上の炭素鎖長を有するアルキルカル  
ボキシレート、アシルサルコシネート、サルコシネート(例えば、ナトリウム  
ラウリルサルコシネート)、エトキシ化カルボン酸ナトリウム塩、カルボン酸  
及び塩(例えば、オレイン酸カリウム及びラウリン酸カリウム)、エーテルカル  
ボン酸;エトキシ化カルボン酸及び塩(例えば、ナトリウムカルボキシメチル  
アルキルエトキシレート);リン酸エステル及び塩(例えば、レシチン);アシル  
グルタメート(例えば、ジナトリウムn-ラウロイルグルタメート)とそれら  
の混合物である。使用上最も安全なアルキルサルフェートは通常 $C_{12}$ 以上の炭化  
水素鎖長を有することに留意すべきである。

使用に適したノニオン系界面活性剤のタイプはポリオキシエチレン類、例えば  
エトキシ化脂肪アルコール、エトキシ化アルコール(例えば、オクタオキシ  
エチレングリコールモノヘキサデシルエーテル、 $C_{16}E_8$ 及び $C_{12}E_8$ )、エトキ  
シ化脂肪酸、エトキシ化脂肪アミン、エトキシ化脂肪アミド、エトキシ  
化アルカノールアミド及びエトキシ化アルキルフェノール;リン酸のトリエ  
ステル(例えば、ナトリウムジオレイルホスフェート);アルキルアミドジエチル  
アミン;アルキルアミドプロピルベタイン(例えば、ココアミドプロピルベタイ  
ン);アミノキシド誘導体、例えばアルキルジメチルアミノキシド、アルキ  
ルジヒドロキシエチルアミノキシド、アルキルアミドジメチルアミノキシド  
及びアルキルアミドジヒドロキシエチルアミノキシド;ポリヒドロキシ誘導体  
、例えば多価アルコールエステル及びエーテル(例えば、スクロースモノオレエ  
ート、セトステアリルグルコシド、 $\beta$ -オクチルグルコフラノシドエステル、

$C_{10}$ - $C_{16}$ の炭素鎖長を有するアルキルグルコシド)、モノ、ジ及びポリグリセ

ロールエーテル及びポリグリセロールエステル（例えば、テトラグリセロールモノラウレート及びモノグリセリド、トリグリセロールモノオレエート〔例えば、グリンステッド(Grinsted)供給のTS-T122〕、ジグリセロールモノオレエート（例えば、グリンステッド供給のTST-T101）、エトキシ化グリセリド；モノグリセリド、例えばモノオレイン及びモノリノレイン；ジグリセリド脂肪酸、例えばジグリセロールモノイソステアレート（例えば、日清製油社供給の分別されたコスモール(Cosmol)41）とそれらの混合物である。

使用に適したカチオン系界面活性剤のタイプは脂肪族・芳香族四級アンモニウムハライド；四級アンモニウムアルキルアミド誘導体；アルキルアミドプロピルジメチルアンモニウムラクテート；アルキルアミドプロピルジヒドロキシエチルアンモニウムラクテート；アルキルアミドプロピルモルホリニウムラクテート；四級アンモニウムラノリン塩；アルキルピリジニウムハライド；アルキルイソキノリニウムハライド；四級アンモニウムイミダゾリニウムハライド；ビス四級アンモニウム誘導体；アルキルベンジルジメチルアンモニウム塩、例えばステアラルキルアンモニウムクロリド；アルキルエチルモルホリニウムエトサルフェート；テトラアルキルアンモニウム塩、例えばジメチルジステアリル四級アンモニウムクロリド及びビスイソステアラミドプロピルヒドロキシプロピルジアンモニウムクロリド〔スケア・ケミカルズ(Scher Chemicals)のスケアコクァット(Schercquat)21AP〕；ヘテロ環式アンモニウム塩；ビス（トリアセチルアンモニウムアセチル）ジアミンとそれらの混合物である。

使用に適した両性界面活性剤のタイプはアルキルベタイン、例えばドデシルジメチルアンモニウムアセテート及びオレイルベタイン；アルカノールアミド、例えばモノアルカノールアミド及びジアルカノールアミド；アルキルアミドプロピルベタイン；アルキルアミドプロピルヒドロキシスルタイン；アシルモノカルボ

キシヒドロキシエチルグリシネート；アシルジカルボキシヒドロキシエチルグリシネート；アルキルアミノプロピオネート、例えばナトリウムラウルイミノジプロピオネート；アルキルイミノジプロピオネート；アミンオキシド；アシルエチレンジアミンベタイン；N-アルキルアミノ酸、例えばN-アルキルアミノ酢酸

ナトリウム；N-ラウロイルグルタミン酸コレステロールエステル；アルキルイミダゾリンとそれらの混合物である。

使用上好ましいアニオン系界面活性剤はスルホサクシネートエステル、イセチオネート、サルコシネート、ナトリウムラウリルスルホアセテート、リン酸エステル、 $C_{12}$ 以上の炭化水素鎖長を有するアルキルカルボキシレート、アシルグルタメート及びそれらの混合物である。

ノニオン系界面活性剤が使用上最も好ましい。好ましいノニオン系界面活性剤の例は炭水化物界面活性剤、例えばスクロースモノエステル及びアルキルグルコシド；ポリグリセロールエステル、例えばテトラグリセロールモノラウレートPG-3ジイソステアレート、トリグリセロールモノオレエート及びジグリセロールモノオレエート；モノグリセリド；ジグリセロールエステル、例えばPG-2モノイソステアレート、PG-2モノオレエート及びPG-2ジオレエート；ソルビタンエステルとそれらの混合物である。

使用上好ましい界面活性剤は多価アルコールエステル及びエーテル、例えばスクロースモノオレエート、 $C_{10}$ - $C_{16}$ の炭素鎖長を有するアルキルグルコシド、 $\beta$ -オクチルグルコフラノシド；ポリグリセロールエステル、例えばテトラグリセロールモノオレエート又はラウレート；モノグリセリド、例えばモノオレイン；ホスファチド、例えばレシチン；ビスイソステアラミドプロピルヒドロキシプロピルジアンモニウムクロリド；ソルビタンオレエート；ジペンタエリトリール脂肪酸エステル；n-ラウロイルグルタミン酸エステル；テトラグリセロールモノラウレートとそれらの混合物である。

様々なレシチンが使用できる。アメリカン・レシチン・カンパニー(American Lecithin Company)(ダンベリー、CT)はナッターマン・ホスホリピッド(Nattermann Phospholipid)、ホスホリポン(Phospholipon)80及びホサール(Phosal)75を供給している。これらすべてがこの系でうまく機能する。単独で又はこれらと組合せて使用できる他のレシチンは：日清製油社供給の水素付加レシチン；セントラル・ソーヤ(Central Soya)(Ft. Wayne, IN)からのアクチフロー(Actiflo)シリーズ、セントロキャップ(Centrocap)シリーズ、セントラルCa、セントロー



ル(Centrol)シリーズ、セントロレン(Centrolene)、セントロレックス(Centrole x)、セントロミックス(Centromix)、セントロフェース(Centrophase)及びセントロフィル(Centrophil)シリーズ; アメリカン・レシチンからのアルコレック(Alc olec)及びアルコレック439-C; カナダ・パッカーズ(Canada Packers)からのカナスパース(Canasperse)、アメリカン・レシチンからのレキシ(Lexin)K及びナチピド(Natipide); W. A. クリアリー社(W. A. Cleary Co.)からのL-クリアレート(L-Clearate)、クリアレートLV及びクリアレートWDである。レシチンはエタノール、脂肪酸、トリグリセリド及び他の溶媒に溶解して供給される。それらは通常レシチンの混合物であり、供給される溶液の15~75%の範囲である。レシチンは粉末として供給してもよい。粉末の純度は様々であり、レシチンは重量ベースで粉末の60~90%である。本発明で用いられるホスファチドの重量はレシチンの重量であって、キャリア又は不純物のものではない。

適切なタイプの会合構造を形成するために、レシチンは液晶状態が製品製造の温度条件で形成されうるほど十分に極性溶媒に可溶性でなければならない。しかも、レシチン会合構造は剪断の適用下で流動する能力を有するタイプ、好ましくはラメラ、六方晶II(逆六方晶)又はそれらの混合物であるべきである。

天然及び合成双方のレシチンが使用できる。天然レシチンはヒマワリ種子、大

豆、サフラワー種子及び綿実のような脂肪種子から得られる。レシチンは精製プロセス中に油から分離される。卵もレシチンの天然源である。

ホスファチドは会合構造の約25~約95%、好ましくは約30~約85%、最も好ましくは約40~約70%のレベルで使用できる。好ましくは、会合構造を形成できる他の界面活性剤とホスファチドとの混合物が用いられる。このような混合物が用いられる場合、ホスファチドは口紅組成物の約0.1~約30%、好ましくは約0.1~約5%、更に好ましくは約0.1~約1%のレベルで用いられることが好ましい。最も好ましくは、レシチンは界面活性剤会合構造を形成する界面活性剤として利用されず、即ち本質的にレシチンを含まない(>0.01%)。

典型的には、会合構造の約30%以下のレベルで界面活性剤会合構造を形成す

るために界面活性剤としてホスファチドを利用する場合には、逆ミセル、円柱状逆ミセル、逆連結棒形液晶及びこれら会合構造の混合物が形成される。典型的には、会合構造の約30%以上でホスファチドを利用する場合には、好ましいラメラ(L2)相会合構造が形成される。

典型的処方では下記界面活性剤を利用できる：

両性界面活性剤

- ・N-アルキルアミノ酸（例えば、N-アルキルアミノ酢酸ナトリウム）
- Δ・N-ラウロイルグルタミン酸コレステロールエステル〔例えば、エルデュー(Eldew)CL-301味の素〕

アニオン系界面活性剤

- ・アシルグルタメート（例えば、ジナトリウムN-ラウロイルグルタメート）
- Δ・サルコシネート（例えば、ナトリウムラウリルサルコシネート）〔グレース(Grace), セピック(Seppic)〕
- ・タウレート（例えば、ナトリウムラウリルタウレート、ナトリウムメチルコ

コイルタウレート）

- Δ・カルボン酸及び塩（例えば、オレイン酸カリウム、ラウリン酸カリウム、10-ウンデセン酸カリウム；11-p-スチリル-ウンデカン酸カリウム）
- ・エトキシ化カルボン酸塩（例えば、ナトリウムカルボキシメチルアルキルエトキシレート）
- ・エーテルカルボン酸
- Δ・リン酸エステル及び塩（例えば、レシチン）DEA-オレス-10-ホスフェート
- ・アシルイセチオネート、例えば2-ラウロイルオキシエタンスルホン酸ナトリウム
- ・アルカンスルホネート（例えば、分岐鎖状x-アルカンスルホン酸ナトリウム(x≠1)）
- ・スルホサクシネート、例えばジオクチルナトリウムスルホサクシネート；ジナトリウムラウレススルホサクシネート〔マッカネート(MacKanate)E1、マク

インチア・グループ社(McIntyre Group Ltd.))

- ・スルホサクシネート (エアゾール)
  - ナトリウムジブチルスルホサクシネート
  - ナトリウムジ-2-ベンチルスルホサクシネート
  - ナトリウムジ-2-エチルブチルスルホサクシネート
  - ナトリウムジヘキシルスルホサクシネート
  - ナトリウムジ-2-エチルヘキシルスルホサクシネート (AOT)
  - ナトリウムジ-2-エチルドデシルスルホサクシネート
  - ナトリウムジ-2-エチルオクタデシルスルホサクシネート
- ・硫酸エステル、例えば2-エチルヘプタ-6-エニル硫酸ナトリウム、11-ヘンエイコシル硫酸ナトリウム、9-ヘプタデシル硫酸ナトリウム

・アルキルサルフェート、例えばMEAラウリルサルフェートのようなMEAアルキルサルフェート

#### カチオン系界面活性剤

- ・アルキルイミダゾリン、例えばアルキルヒドロキシエチルイミダゾリン、ステアリルヒドロキシエチルイミダゾリン〔供給業者アクゾ(Akzo)、ファインテックス(Finetex)及びヘキスト(Hoechst)〕
- ・エトキシル化アミン、例えばPEG-n-アルキルアミン、PEG-n-アルキルアミノプロピルアミン、ポロキサミン、例えばPEG-ココポリアミン、PEG-15獣脂アミン
- ・四級化物：アルキルベンジルジメチルアンモニウム塩、ベタイン、ヘテロ環式アンモニウム塩及びテトラアルキルアンモニウム塩、アルキルアミン、ジメチルアルキルアミン、ジヒドロキシエチルアルキルアミンジオレエート
- ・アルキルベンジルジメチルアンモニウム塩 (例えば、ステアラルキルアンモニウムクロリド)
- ・アルキルベタイン (例えば、ドデシルジメチルアンモニオアセテート、オレイルベタイン)、アルキルエチルモルホリニウムエトサルフェート
- ・テトラアルキルアンモニウム塩〔例えば、ジメチルジステアリル四級アンモ

ニウムクロリド (ウィットコ(Witco))

Δ・ビスイソステアラミドプロピルヒドロキシプロピルジアンモニウムクロリド  
(スケア・ケミカルズのスケアコクァット2 IAP)

・1, 8 - ビス (デシルジメチルアンモニオ) - 3, 6 - ジオキサオクタンジ  
トシレート

#### ノニオン系界面活性剤

・エトキシ化グリセリド

・モノグリセリド、例えばモノオレイン、モノリノレイン、モノラウリン

Δ・ジグリセリド脂肪酸 (例えば、ジグリセロールモノイソステアレート コス  
モール41、分別化、日清製油社)

Δ・ポリグリセリルエステル (例えば、トリグリセロールモノオレエート (グラ  
インドスチール(Grindsteel) T S - T 1 2 2)、ジグリセロールモノオレエート  
(グラインドステッド(Grindsted) T S T - T 1 0 1))

Δ・多価アルコールエステル及びエーテル (例えば、スクロースモノオレエート  
(リョート(Ryoto), 三菱化成フード社)、β - オクチルグルコフラノシドエステ  
ル、C<sub>10</sub> - C<sub>16</sub>のようなアルキルグルコシド (ヘンケル(Henkel)))

・リン酸のジエステル (例えば、ナトリウムジオレイルホスフェート)

・エトキシ化アルコール (例えば、C<sub>16</sub>E<sub>8</sub> (オクタオキシエチレン、グリ  
コールモノヘキサデシルエーテル) 及びC<sub>12</sub>E<sub>8</sub>)

・アルキルアミドプロピルベタイン (例えば、ココアミドプロピルベタイン)

・アミド (例えば、N - (ドデラノイルアミノエチル) - 2 - ピロリドン]

・アミドオキシド、例えば1, 1 - ジヒドロペルフルオロオクチルジメチルア  
ミンオキシド、ドデシルジメチルアミンオキシド、2 - ヒドロキシドデシルジメ  
チルアミンオキシド、2 - ヒドロキシドデシルビス (2 - ヒドロキシエチル) ア  
ミドオキシド、2 - ヒドロキシ - 4 - オキサヘキサデシルジメチルアミンオキシ  
ド

・エトキシ化アミド (例えば、PEG - n - アシルアミド)

・アンモニオホスフェート (例えば、ジデカノイルレシチン)

- ・アミン (例えば、オクチルアミン)
- ・アンモニオアミド、例えばN - トリメチルアンモニオデカンアミデート、N - トリメチルアンモニオドデカンアミデート
- ・アンモニオカルボキシレート、例えばドデシルジメチルアンモニオアセテート、6 - ジドデシルメチルアンモニオヘキサノエート

・モノグリセリド、例えば1 - ドデカノイルグリセロールモノラウリン、1, 13 - ドコセノイルグリセロールモノエルシン

・ホスホン酸及びリン酸エステル及びアミド、例えばメチル - N - メチルドデシルホスホンアミデート、ジメチルドデシルホスホネート、ドデシルメチルメチルホスホネート、N, N - ジメチルドデシルホスホン酸ジアミド

・ポリオキシエチレン (C<sub>8</sub>)、例えばペンタオキシエチレングリコール p - n - オクチルフェニルエーテル、ヘキサオキシエチレングリコール p - n - オクチルフェニルエーテル、ノナオキシエチレングリコール p - n - オクチルフェニルエーテル

・ポリオキシエチレン (C<sub>10</sub>)、例えばペンタオキシエチレングリコール p - n - デシルフェニルエーテル、デシルグリセリルエーテル、4 - オキサテトラデカン - 1, 2 - ジオール、ノナオキシエチレングリコール p - n - デシルフェニルエーテル

・ポリオキシエチレン (C<sub>11</sub>)、例えばテトラオキシエチレングリコールウンデシルエーテル

・ポリオキシエチレン (C<sub>12</sub>)、例えば3, 6, 9, 13 - テトラオキサベンタコサン - 1, 11 - ジオール、3, 6, 10 - トリオキサドコサン - 1, 8 - ジオール、3, 6, 9, 12, 16 - ペンタオキサオクタコサン - 1, 14 - ジオール、3, 6, 9, 12, 15 - ペンタオキサノナコサン - 1, 17 - ジオール、3, 7 - ジオキサノナデカン - 1, 5 - ジオール、3, 6, 9, 12, 15, 19 - ヘキサオキサヘントリアコンタン - 1, 16 - ジオール、ペンタオキシエチレングリコールドデシルエーテル、モノオキシエチレングリコール p - n - ドデシルフェニルエーテル

・ポリオキシエチレン (C<sub>14</sub>)、例えば3, 6, 9, 12, 16 - ペンタオキサオクタコサン - 1, 14 - ジオール、3, 6, 9, 12, 15, 19 - ヘキサ

オキサトリアコンタン - 1, 17 - ジオール

- ・スルホンジイミン、例えばデシルメチルスルホンジイミン
  - ・スルホキシド、例えば3 - デシルオキシ - 2 - ヒドロキシプロピルメチルスルホキシド、4 - デシルオキシ - 3 - ヒドロキシブチルメチルスルホキシド
  - ・スルホキシイミン、例えばN - メチルドデシルメチルスルホキシイミン
- △使用上より好ましい

使用に適した市販カチオン系界面活性剤は、ハンプシャー・ケミカル社(Hampshire Chem. Corp.)供給のハンプシル(Hamposyl) C (ココイルサルコシンココナツ酸) : アクゾ供給のアーquat (Arquat) 2 H - 75 ; スケア・ケミカル供給のスケアコquat 21 AP ; スケア・ケミカル供給のスケアコquat DASである。使用に適した市販アニオン系界面活性剤はクロダ(Croda)供給のクロダフォス(Crodafos) N10及びアメリカン・シアニミド(American Cyanamid)供給のジオクチルナトリウムスルホサクシネートである。使用に適した市販ノニオン系界面活性剤は、日清供給の分別されたジグリセロールモノイソステアレート、コスモール41 ; グラインドステッド供給のジモダン(Dimodan) D G M O及びトリオダン(Triodan) 20 ; ヘンケル供給のジェネロール(Generol) 122 E - 10 エトキシ化ソヤ・ステロール、ジェネロールE - 16及びジェネロールE - 5 ; 三菱供給のスクロースモノオレエート ; ロンザ(Lonza)供給のテトラグリセロールラウレートである。界面活性剤は会合構造の約4 ~ 約97%、好ましくは約5 ~ 約95%、更に好ましくは約20 ~ 約90%、最も好ましくは約30 ~ 約70%のレベルで使用できる。

#### 極性溶媒

本発明の好ましい会合構造を作る上で使用に適して有用な溶媒には、ヒト摂取上許容されるあらゆる極性溶媒がある。適切な極性溶媒には水 ; エタノール、プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、ヘキサノール及びベンジルアルコ

ールのようなアルコール類；プロピレングリコール、ポリプロピレングリコール、ブチレングリコール、マルチトール、ソルビトール及びグリセリンのようなポリオール類；グリセリンに溶解されたパンテノール；香油とそれらの混合物がある。これら溶媒の混合物も使用できる。好ましい極性溶媒はグリセリン、ソルビトール、グリセリン中のパンテノール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、水及びそれらの混合物である。最も好ましくは、添加水自体、即ち市販溶媒中に存在する水以外は利用されない。このため、本発明の最も好ましい口紅組成物は本質的に水を含まず、即ちそれらは約３％以下、好ましくは約１％以下で水を含む。使用上最も好ましい極性溶媒はグリセリン、パンテノール、プロピレングリコール、ソルビトール、ソルビトールブチレングリコール及びそれらの混合物である。

典型的には、口紅組成物は約０．１～約６０％、好ましくは約１～約３０％、更に好ましくは約６～約２０％、最も好ましくは約８～約１８％の極性溶媒を含む。好ましい会合構造において、極性溶媒は会合構造の約３～約９６％、好ましくは約５～約９５％、更に好ましくは約１０～約８０％、最も好ましくは約３０～約７０％のレベルで用いられる。

#### 界面活性剤会合構造の作製

会合構造、即ち逆ミセル及び／又は液晶の形成と、このような会合構造が生じる濃度は、具体的なタイプの界面活性剤、溶媒、温度、溶媒中界面活性剤の溶解度と、キャリア中界面活性剤の濃度を含めた様々なファクターに依存している。界面活性剤の純度は、会合構造、特に好ましい形態のラメラ液晶が生じる濃度レベルに影響を与える。

極性溶媒及び界面活性剤と一緒にミックスされる。会合構造、特に好ましいラメラ又は六方液晶状態の形成は機械的攪拌により促進される。ミックスは手で（即ち、道具を用いて）、あるいは家庭、施設又は工業的口紅製造に有用な機械

装置で行える。ミックスしながら剪断操作を行える押出機が使用できる。

通常、会合構造は環境温度／室温で形成される。加工処理温度は極性溶媒の性質にやや依存している。しかしながら、加工処理中に会合構造は約１０～約１０

0℃、好ましくは約70～約90℃範囲の温度に暴露される。温度が会合構造に影響を与えるならば、会合構造は環境温度に一度冷却して再形成させる。

1相液晶が最も好ましい。実質的2相液晶、1相液晶又は単相液晶成分（好ましくは少なくとも90%）が利用されることが好ましい。

過剰液体（溶媒又は溶液）又は固体から界面活性剤会合構造の分離、ひいては検出は超遠心により行える。超遠心は、しばらく観察される相境界の形成を誘導するために、十分に高い遠心力を用いて（好ましくは、SW60Tiローター装備のベックマンL8-80遠心機を利用して約1～約16時間にわたり約20,000～約60,000rpmの範囲で、又は約1時間にわたり約300,000\**g*を適用することにより）行うべきである。これらの条件下で、個別相の良好な分離が得られる。各相の容量は遠心管の目盛りにより決定され、個別相の容量分画がこうして計算される。

#### 口紅への界面活性剤会合構造の付加

界面活性剤会合構造はヒマシ油、他の油及び他の口紅成分の代替物として慣例的な口紅処方に使用される。会合構造は付加前に形成させても、あるいは界面活性剤会合構造の極性溶媒成分及び界面活性剤成分が独立して添加され、会合構造はその場で形成させてもよい。好ましくは、油又はワックス成分の10～60%、好ましくは約20～約50%は安定な液晶で置き換えられる。通常口紅処方は過度の実験なしに調整できる。

界面活性剤会合構造は組成物の固体成分とよくミックスされるべきである。固体中で界面活性剤会合構造の微細な分布を最も有効に作るためには、最初に会合構造、好ましくは液晶又は逆六方液晶、更に好ましくはラメラ液晶を作り、その

後会合構造をワックス及び油とミックスすることが好ましい。

界面活性剤会合構造、好ましくはラメラ液晶及び／又は逆六方液晶はワックスを溶解しながらそれらとミックスされ、混合物が慣習的手段により成形される。好ましくは、ワックス及び皮膚軟化剤成分は約70～約95℃、好ましくは約83～約90℃の温度で溶解され、界面活性剤会合構造が攪拌下で付加される。次いで混合物は室温で型に注がれる。成形温度はより均一なスティックを得るため



に変えることができる。他の慣用的な口紅製造プロセスも使用できる。

#### 製造方法

慣用的な口紅製造方法が本発明の口紅組成物を製造するために利用できる。疎水性シリカ及び土、プロピレンカーボネート、エチルセルロースとそれらの混合物を利用するときに好ましい製造方法は：

- 1) (増粘) /ゲル化剤を油、いずれかの液体皮膚軟化剤及び着色料／顔料の混合物に加える；
  - 2) 極性溶媒及び界面活性剤をミックスすることにより会合構造を作る；
  - 3) (2) の混合物にワックス及びいずれかの任意成分を加えてミックスし、得られた混合物を約85℃に加熱する；
  - 4) 油が溶解されるまで(1) の混合物を加熱して攪拌する；
  - 5) 均一混合物になるまで(4) の混合物を攪拌しながら(3) の混合物に加える；
  - 6) 標準技術に従い(5) の混合物を成形する；
- ステップからなる。

#### D. 任意成分

口紅が芳香剤、香油、ラノリン、日焼止め剤、特にPABA又は他の増感剤と刺激剤を含有していない低アレルギー性口紅も本発明に入るが、本発明の口紅は望ましい口紅組成物を実現するためいくつかの下記成分と以下で特に開示されて

いない他の成分を更に含有していてもよい。

##### 1. 着色料

口紅は、無水顔料重量ベースで、0～約35%、好ましくは約1～約20%、最も好ましくは約5～約15%の着色料を含有することができる。これらは通常アルミニウム、バリウム又はカルシウム塩又はレーキである。好ましくは、色素は約0.1～約4%で存在し、パールは0～約20%で存在する。ヒマシ油に分散された着色料は使用上好ましくない。

好ましくは、本発明の口紅組成物は実質上ヒマシ油を含まず、口紅は約0.1%以下、好ましくは約0.01%以下、最も好ましくは約0.001%以下でヒ

マシン油を含むにすぎない。

顔料は典型的には口紅中に配合されたとき顔料の良好な分散のためヒマシン油に分散され、こうして着色料の均一な分布を与える。顔料の優れた分散は、着色料／顔料を口紅中に配合する手段として会合構造、好ましくはラメラ液晶を利用することで行えることが発見された。乾燥顔料を配合する好ましい方法は：

(a) (1) 極性溶媒、及び

(2) ほぼ環境温度又はそれ以下のクラフト点を有する両性、カチオン系、アニオン系、ノニオン系界面活性剤及びそれらの混合物からなる群より選択される界面活性剤

から本質的になる混合液を調製する；

(b) 会合構造が生じるまで上記混合液を撹拌する；

(c) 均一混合物が得られるまで乾燥顔料を加えてミックスする；

(d) 均一粒度が得られるまで上記混合物を砕く；及び

(e) 均一混合物が得られるまで(c)の混合物を残りの口紅成分に加えてミックスする；

ステップからなる。

会合構造がその場で形成されるように口紅組成物の諸成分が加工処理されるならば、乾燥顔料を配合する好ましい方法は1種以上の液体皮膚軟化剤成分中でそれらをスラリー化することである。

界面活性剤会合構造口紅組成物の加工処理中に、加工処理及び成形中における顔料粒子の分離量について著しい減少という形で改善があることに留意すべきである。

本発明で使用に適した着色料／顔料は、口紅組成物で使用に適したすべての無機及び有機着色料／顔料である。

レーキとは固体希釈物で希釈又は薄められた顔料、あるいは吸着表面上への水溶性色素の沈殿により得られる有機顔料であり、これは通常水和アルミニウムである。可溶性色素が水和アルミニウムの表面上に沈殿して乾燥無機顔料を形成するか、又はそれが基質の存在下で単に沈殿するだけであるかについて、一部の場

合には不確実さがある。レーキは酸又は塩基色素との不溶性塩の沈殿からも生じる。カルシウム及びバリウムレーキも本発明で用いられる。

本発明の好ましいレーキは赤色 3 号アルミニウムレーキ、赤色 2 1 号アルミニウムレーキ、赤色 2 7 号アルミニウムレーキ、赤色 2 8 号アルミニウムレーキ、赤色 3 3 号アルミニウムレーキ、黄色 5 号アルミニウムレーキ、黄色 6 号アルミニウムレーキ、黄色 1 0 号アルミニウムレーキ、橙色 5 号アルミニウムレーキ、青色 1 号アルミニウムレーキ、赤色 6 号バリウムレーキ、赤色 7 号カルシウムレーキである。

他の着色料及び顔料、例えば色素、パール、酸化チタン、赤色 6 号、赤色 2 1 号、褐色、アズキ色及びシエナ色の色素、チョーク、タルク、酸化鉄及びチタン処理マイカも口紅で含有させることができる。

## 2. フレーバー

ペパーミント油、オレンジ油、シトラス油、冬緑油のような香油もアルコール

又はグリセリンと併用することができる。香油はフレーバーを希釈するためにエタノールのような溶媒中で通常ミックスされる。本発明で有用な香油は天然源から得ても又は合成してもよい。通常、香油はケトン、アルコール、脂肪酸、エステル及びテルペンの混合物である。“香油”という用語は、植物源、即ち葉、樹皮又は果実もしくは野菜の皮から得られて、通常水に不溶性である液体のことであると、当業界では通常認識されている。用いられる香油のレベルは口紅組成物の 0～約 5%、好ましくは 0～約 1% の範囲である。

## 3. 乳化剤

本発明で利用される極性溶媒と環境温度で会合構造を形成しない乳化剤も使用できる。乳化剤の全濃度は処方物の 0～約 20%、好ましくは 0～約 15%、最も好ましくは約 1～約 10% である。

これらの乳化剤は口紅の親水（極性溶媒ではない）及び疎水相と親和性を有するカップリング剤として用いられるが、それでも環境温度で会合構造を形成しない。適切なカップリング剤の例はオレイン酸ソルピタン、セスキオレイン酸ソルピタン、PG-3 ジイソステアレート、ジペンタエリトリール脂肪酸エステル

、12-ヒドロキシステアリン酸コレステロール及びそれらの混合物である。

#### 4. スキンケア活性成分

水溶性及び非水溶性双方の形をしたスキンケア活性成分が口紅に添加できる。上記成分にはビタミンA及びEのような脂溶性ビタミン、日焼止め剤と薬学上活性な成分がある。これらのスキンケア活性成分には酸化亜鉛、カモミレ油、ギンコ・ピロバ(ginko biloba)エキス、ピログルタミン酸、塩又はエステル、ヒアルロン酸ナトリウム、2-ヒドロキシオクタン酸、イオウ、サリチル酸、カルボキシメチルシステイン及びそれらの混合物がある。これらは通常組成物の約2重量%以下の量で、一般的に約0.01～約1重量%の範囲で存在する。本発明の好ましい態様は約0.1～約30%、好ましくは約8～約15%の極性溶媒と約5

～約20%の界面活性剤を含んでいる。界面活性剤は、混合物の約50～約75%がほぼ環境温度又はそれ以下のクラフト点を有して、環境温度で会合構造を形成する界面活性剤から構成され、混合物の約25～約50%がカップリング剤である界面活性剤から構成される混合物であることが好ましい。会合構造を形成できる界面活性剤とカップリング剤として作用する界面活性剤とのもう1つの好ましい混合物はレシチン、PG-3ジイソステアレート、モノオレイン酸ソルビタン、12-ヒドロキシステアリン酸コレステロール及びジペンタエリトリール脂肪酸エステルである。もう1つの好ましい混合物はジペンタエリトリール脂肪酸エステル、レシチン及びPG-3ジイソステアレートである。

下記例は本発明について説明するが、それに限定されているわけではない。

#### 例I

実質上ヒマシ油を含まない本発明の口紅組成物は下記のように製造する：

成分	量 (重量%)
ワックス	
オゾケライト	3.20
パラフィン	2.90
カンデリラワックス	4.30
ビスクエア175 (改質蜜ロウ)	2.75

ポリブテンH - 1 5 0 0	3.00
<u>油</u>	
パルミチン酸オクチル	10.83
ラノリン油	7.50
パルミチン酸イソプロピル	10.00
マレイン酸処理大豆油	2.00
<u>ゲル化剤</u>	
ベントン 3 8	2.00
プロピレンカーボネート	0.67
<u>顔料</u>	
ジイソプロピルダイメレート	13.00
顔料	13.00
<u>界面活性剤／乳化剤</u>	
レシチン（セントロレックスF）	0.70
PG - 3 ジイソステアレート	3.50
ジペンタエリトリール脂肪酸エステル <sup>1</sup>	4.50
<u>極性溶媒</u>	
グリセリン	6.00
<u>その他</u>	
酢酸ビタミンE	0.05
プロピルパラベン	0.10
マイカ	10.00
全量	100.00

<sup>1</sup>日清製油社供給のコスモール1 6 8 A R

顔料をジイソプロピルダイメレート中でスラリー化する。スラリー中に油及び（増粘）／ゲル化剤（疎水性土及び活性剤）を加えてミックスする。混合物を攪拌しながら約85℃に加熱する。界面活性剤及び極性溶媒と一緒にミックスして、界面活性剤会合構造相を形成させる。界面活性剤会合構造混合物と残りの成分

を均一混合物が得られるまで一定撹拌下で（増粘）／ゲル化剤混合物に加える。  
均一になったら、組成物を室温で型の中に注ぐ。

## 例II

本発明の口紅組成物は下記のように製造する：

<u>成分</u>	<u>量（重量％）</u>
<u>ワックス</u>	
オゾケライト	5.45
カンデリラワックス	4.30
パラフィン	2.90
ポリブテンH - 1500	3.00
<u>油</u>	
パルミチン酸オクチル	11.00
ラノリン油	6.00
パルミチン酸イソプロピル	11.00
マレイン酸処理大豆油	2.00
ジイソプロピルダイメレート	9.66
<u>ゲル化剤</u>	
ベントン38	2.00
プロピレンカーボネート	0.67
<u>界面活性剤／乳化剤</u>	
PG - 3 ジイソステアレート	3.50
レシチン	0.70
<u>その他</u>	
酢酸ビタミンE	0.05
プロピルパラベン	0.10
マイカ	10.00

## 極性溶媒

グリセリン	6.00
<u>顔料スラリー</u>	
顔料	13.00
ジイソプロピルダイメレート	8.67
全量	100.00

組成物は例Iのように製造する。

#### 例III

本発明の口紅組成物は下記のように製造する：

<u>成分</u>	<u>量（重量%）</u>
<u>油</u>	
パルミチン酸オクチル	13.50
ラノリン油	8.50
イソノナン酸イソノニル	8.50
マレイン酸処理大豆油	2.00
リシノール酸セチル	4.00
ジイソプロピルダイメレート	12.00
<u>ゲル化剤</u>	
疎水性土（ベントン27）	4.70
プロピレンカーボネート	1.60
<u>顔料</u>	
顔料	12.00
<u>界面活性剤</u>	
レシチン（セントロレックスF）	0.70
PG - 3 ジイソステアレート	3.25
オレイン酸ソルビタン	2.70
12 - ヒドロキシステアリン酸コレステロール	2.00
ジペンタエリトリール脂肪酸エステル	4.00
<u>極性溶媒／モイスチャライザー</u>	

グリセリン	6.00
<u>ワックス</u>	
オゾケライト	3.50
パラフィン	3.25
カンデリラワックス	4.65
ビスクエア 175 (改質蜜ロウ)	3.00
<u>その他</u>	
酢酸トコフェロール	0.10
プロピルパラベン	0.05
全量	100.00

組成物は例 I のように製造する。

#### 例 IV

本発明の口紅組成物は下記のように製造する：

<u>成分</u>	<u>量 (重量%)</u>
<u>油</u>	
バルミチン酸オクチル	13.50
ラノリン油	8.50
イソノナン酸イソノニル	8.50
マレイン酸処理大豆油	2.00
リシノール酸セチル	4.00
ジイソプロピルダイメレート	12.00
<u>ゲル化剤</u>	
疎水性土 (ベントン 27)	4.70
プロピレンカーボネート	1.60
疎水性シリカ (エアロシル R 974)	2.00
<u>顔料</u>	
顔料	12.00
<u>界面活性剤</u>	



レシチン（セントロレックスF）	0.70
PG - 3 ジイソステアレート	3.95
12 - ヒドロキシステアリン酸コレステロール	2.00
ジペンタエリトリール脂肪酸エステル	4.00
<u>極性溶媒／モイスタライザー</u>	
グリセリン	6.00
<u>ワックス</u>	
オゾケライト	3.50
パラフィン	3.25
カンデリラワックス	4.65
ビスクエア 175（改質蜜ロウ）	3.00
<u>その他</u>	
酢酸トコフェロール	0.10
プロピルパラベン	0.05
全量	100.00

組成物は例Ⅰのように製造する。

#### 例Ⅴ

本発明の口紅組成物は下記のように製造する：

<u>成分</u>	<u>量（重量％）</u>
<u>油</u>	
パルミチン酸オクチル	13.50
ラノリン油	8.50
イソノナン酸イソノニル	8.50
マレイン酸処理大豆油	2.00
リシノール酸セチル	4.00
ジイソプロピルダイメレート	12.00
<u>ゲル化剤</u>	
疎水性シリカ（エアロシルR 812S）	7.00

<u>顔料</u>	
顔料	12.00
<u>界面活性剤</u>	
レシチン（セントロレックスF）	0.70
PG-3ジイソステアレート	3.25
12-ヒドロキシステアリン酸コレステロール	2.00
ジペンタエリトリール脂肪酸エステル	4.00
<u>極性溶媒／モイスチャライザー</u>	
グリセリン	6.00
<u>ワックス</u>	
オゾケライト	3.50
パラフィン	3.25
カンデリラワックス	4.65
ビスクエア175（改質蜜ロウ）	3.00
<u>その他</u>	
トコフェロール	0.10
プロピルパラベン	0.05
全量	100.00

組成物は例Iのように製造する。

#### 例VI

本発明の口紅組成物は下記のように製造する：

<u>成分</u>	<u>量（重量％）</u>
<u>油</u>	
パルミチン酸オクチル	13.50
ラノリン油	8.50
パルミチン酸イソプロピル	8.25
マレイン酸処理大豆油	2.00
リシノール酸セチル	4.00

ジイソプロピルダイメレート	12.00
<u>ゲル化剤</u>	
疎水性シリカ（エアロシルR 9 7 4）	5.00
<u>顔料</u>	
顔料	12.00
<u>界面活性剤</u>	
レシチン（セントロレックスF）	0.70
PG - 3 ジイソステアレート	3.25
オレイン酸ソルビタン	5.00
1 2 - ヒドロキシステアリン酸コレステロール	2.00
<u>極性溶媒／モイスチャライザー</u>	
グリセリン	9.00
パンテノール	0.25
<u>ワックス</u>	
オゾケライト	3.50
パラフィン	3.25
カンデリラワックス	4.65
ビスクエア 1 7 5（改質蜜ロウ）	3.00
<u>その他</u>	
トコフェロール	0.05
プロピルパラベン	0.10
全量	100.00

組成物は例 I のように製造する。

#### 例VII

本発明の口紅組成物は下記のように製造する：

<u>成分</u>	<u>量（重量%）</u>
<u>油</u>	
パルミチン酸オクチル	13.50

ラノリン油	8.50
パルミチン酸イソプロピル	8.50
マレイン酸処理大豆油	2.00
リシノール酸セチル	4.00
ジイソプロピルダイメレート	12.00
<u>ゲル化剤</u>	
N - ラウロイル - L - グルタミン酸 - ジ - n - ブチルアミド <sup>1</sup>	2.00
<u>顔料</u>	
顔料	12.00
<u>界面活性剤</u>	
レシチン（セントロレックスF）	0.70
PG - 3 ジイソステアレート	3.25
オレイン酸ソルビタン	5.00
12 - ヒドロキシステアリン酸コレステロール	2.00
ジペンタエリトリール脂肪酸エステル	2.00
<u>モイスチャライザー</u>	
グリセリン	9.00
パンテノール	1.00
<u>ワックス</u>	
オゾケライト	3.50
パラフィン	3.25
カンデリラワックス	4.65
ビスクエア 175（改質蜜ロウ）	3.00
<u>その他</u>	
トコフェロール	0.10
プロピルパラベン	0.05
全量	100.00

# 1) 味の素社供給のGP - 1<sup>®</sup>

組成物は例Iのように製造する。

## 例VIII

本発明の口紅組成物は下記のように製造する：

<u>成分</u>	<u>量 (重量%)</u>
<u>油</u>	
パルミチン酸オクチル	13.50
ラノリン油	8.50
パルミチン酸イソプロピル	8.50
マレイン酸処理大豆油	2.00
リシノール酸セチル	4.00
ジイソプロピルダイメレート	12.00
<u>ゲル化剤</u>	
N - ラウロイル - L - グルタミン酸 - ジ - n - ブチルアミド <sup>1</sup>	2.00
<u>顔料</u>	
顔料	12.00
<u>界面活性剤</u>	
レシチン (セントロレックスF)	0.70
PG - 3 ジイソステアレート	3.25
オレイン酸ソルビタン	5.00
12 - ヒドロキシステアリン酸コレステロール	2.00
ジペンタエリトリール脂肪酸エステル	2.00
<u>モイスチャライザー</u>	
グリセリン	9.00
パンテノール	1.00
<u>ワックス</u>	
オゾケライト	3.50

パラフィン	3.25
カンデリラワックス	4.65
ビスクエア 175 (改質蜜ロウ)	3.00
その他	
トコフェロール	0.10
プロピルパラベン	0.05
全量	100.00

## 1) 味の素社供給の GP-1<sup>®</sup>

組成物は例 I のように製造する。

これらの組成物は潤いを与える口紅として有用であり、高い温度及び相対湿度でかなりの期間にわたり耐発汗性又は非発汗性である。通常、口紅は約 90° F (32.2℃) 及び約 90% 相対湿度で少くとも約 5 日間、好ましくは少くとも約 10 日間発汗しない。

### 会合構造の確認

会合構造の分野の当業者は公知の確認技術に基づき会合構造を確認することができる。

会合構造を確認する上で、個別に選択された界面活性剤が会合構造を形成できるかどうかを調べるために、個別に選択された界面活性剤はほぼ環境温度で濃度範囲全般にわたりグリセリン又は水と混合されることが好ましい。混合されたとき、選択された界面活性剤がほぼ環境温度でグリセリン又は水と一部濃度で会合構造を形成しないのであれば、界面活性剤及び極性溶媒は製品中でそれを形成しない。周知の確認技術が、個別に選択された界面活性剤とグリセリン又は水との混合物で用いることができる。

いかなる具体的界面活性剤及び溶媒組合せにおける界面活性剤会合構造形成もいくつかの周知の確認技術のうち 1 以上を用いて容易に確認される。界面活性剤

会合構造形成の開始、特に具体的なホスファチド又は界面活性剤と溶媒系につい

て最も好ましい実質的1相液晶状態の出現は：(1) 裸眼での視覚観察；(2) 光学顕微鏡で観察される複屈折旋光性；(3) NMRスペクトルを用いたホスファイド又は界面活性剤／溶媒系の測定；(4) X線回折；(5) 偏光顕微鏡下で観察しうる特徴的“テクスチャー”パターンの存在；及び／又は(6) 透過型電子顕微鏡検査（TEM）による凍結破断顕微鏡写真で観察されるテクスチャーで確認することができる。典型的には、偏光顕微鏡検査では他の上記方法のうち1つによる確認を要する。液晶の光学顕微鏡検査はThe Microscopy of Liquid Crystals, Norman, Hartshorn, London, England and Chicago, Illinois, U.S.A., 1974で一般的に記載されており、そこでは中間状態の複屈折と顕微鏡観察及び評価の方法について示している(Chapter 1, pp. 1-20)。複屈折が液晶の出現を調べる好ましい方法である。

口紅製品内部の会合構造の確認は、ワックス結晶又は顔料のような他の化合物の存在のせいで通常よけいに困難である。このため、液晶のような会合構造の確認にとり好ましい方法は、前記のような口紅サンプルを超遠心し、各層を分離し、典型的な界面活性剤会合構造複屈折の層を確認し、その層をX線回折及び／又は透過型電子顕微鏡検査（TEM）による試験に付すことである。凍結破断透過型電子顕微鏡検査（FF／TEM）が更に好ましい確認方法である。最も好ましくは、FF／TEMはX線回折又はNMRのような他の周知方法で示された会合構造を確認するために利用される。

本発明の会合構造の出現を調べる好ましい方法は透過型電子顕微鏡検査（TEM）による。更に好ましくは、会合構造は凍結破断透過型電子顕微鏡検査（FF／TEM）法により画像化される。その方法は下記のように実施する：

1. 凍結容器の外腔を液体窒素で満たし、凍結容器の内部ジュワーを液体エタン（ $-172^{\circ}\text{C}$ の標準融点）で満たす。エタンを凍結させる。

2. 小さな片（ $1 \times 2\text{mm}$ ）を清潔なレーザー刃で口紅から切出し、銅製試料ホルダーのウェルに入れる。

3. ジュワー中ほとんどの凍結エタンは金属ヒートシンクをジュワー中に挿入することで溶融させる。

4. エタンの溶融直後に、ロ紅サンプル含有の試料ホルダーをピンセットで摘み上げ、直ちに液体エタンに投入する。

5. 数秒後、試料ホルダーをエタンから取出し、ラクダ毛ブラシの先端に素早く触れさせて過剰のエタンを除去し、直ちに液体窒素に浸漬してサンプルを冷却させておく。

6. サンプルを液体窒素下でJEOL JFD-9000Cサンプルホルダーに移し、その後JEOL JFD-9000C凍結破断ユニットの室内に移す。そのユニットの試料台の温度は約 $-175^{\circ}\text{C}$ とすべきである。真空度は少くとも $5 \times 10^{-7}$  torrとすべきである。

7. ユニット内部のナイフを約 $-165^{\circ}\text{C}$ の温度に冷却する。

8. サンプルは前冷却ナイフを用いてJEOL室内で破断する。

9. 白金-炭素を破断サンプル上に角度 $45^{\circ}$ で4.5秒間付着させ、その後炭素を角度 $90^{\circ}$ で2.5秒間付着させて、破断サンプルのレプリカを形成する。高電圧は2500V、電流は70mAである。

10. サンプルを凍結破断ユニットから取出し、その後水、メタノール、クロ

## ロホルム/メタノール及びクロロホルム中加温ドーン (Dawn)<sup>®</sup> (プロクター&ギ

ャンブル社販売の液体皿洗い洗剤) の溶液で洗浄して、サンプルをレプリカから除去する。

11. レプリカを300メッシュ銅EMグリッドに摘み上げ、透過型電子顕微鏡で調べる。

12. 画像をネガフィルムに記録し、ポジプリントをネガから作る。

13. 次いでプリントを公知確認技術に基づく確認のために当業者が調べる。

凍結破断透過型電子顕微鏡検査法は参考のため本明細書に組み込まれる下記文献で一般的に記載されている: Rash, J. E. 及びHudson, C. S., Freeze-Fracture: Methods, Artifacts and Interpretations (凍結破断: 方法、技術及び解釈), New Haven Press, New York, 1979; Steinbrecht and Zierold, Cryotechniques in Biological Electron Microscopy (生物学的電子顕微鏡検査における低温技術), Spr



inger-Verlag, Berlin, 1987。構造決定及び確認のための凍結破断透過型電子顕微鏡検査法の使用は参考のため本明細書に組み込まれる下記文献で一般的に記載されている：Gulik-Krzywicki, T., Aggerbeck, L. P. 及びLarsson, K., " The use of Freeze-Fracture and Freeze-Etching Electron Microscopy for Phase Analysis and Structure Determination of Lipid Systems" (脂質系の相分析及び構造決定のための凍結破断及び凍結エッチング電子顕微鏡検査の使用), Surfactants in Solution, K. L. Mittal 及びB. Lindman, eds., Plenum Press, New York, pp. 237-257, 1984; Zasadzinski, J. A. N. 及びBailey, S. M., " Applications of Freeze-Fracture Replication to Problems in Materials and Colloid Science" (物質及びコロイド科学の問題への凍結破断複製の適用), J. Elect. Micros. Tech., 13:309-334, 1989。

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.  
PCT/US 94/11510A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
IPC 6 A61K7/027

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
IPC 6 A61K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DE,A,14 67 730 (WARNER-LAMBERT PHARMACEUTICAL COMPANY) 20 February 1969 see page 16; example 1 ---	1-4
X	DATABASE WPI Week 0982, Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 82-17289E & SU,A,829 112 (NIKOLARVSK ALYE PAR) 15 May 1981 see abstract ---	1-4
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 11, no. 80 (C-409) & JP,A,61 236 716 (SHISEIDO CO LTD) 22 October 1986 see abstract ---	1-4
	---	

-/--

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "d" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

15 February 1995

Date of mailing of the international search report

9 Feb 95

Name and mailing address of the ISA  
European Patent Office, P.O. 5318 Patentkanal 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Cockuyt, P

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/US 94/11510

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP,A,0 522 624 (UNILEVER PLC.) 13 January 1993 see the whole document ---	1-4
X	EP,A,0 549 267 (UNILEVER PLC.) 30 June 1993 see the whole document ---	1-4
P,X	EP,A,0 566 442 (L'OREAL) 20 October 1993 see the whole document ---	1-4
P,X	EP,A,0 602 902 (REVLON CONSUMER PRODUCTS CORPORATION) 22 June 1994 see the whole document ---	1-4
P,A	WO,A,94 06400 (THE PROCTER & GAMBLE COMPANY) 31 March 1994 cited in the application ---	5
A	DATABASE WPI Week 4389, Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 89-314087 & JP,A,1 233 206 (KAO CORP) 19 September 1989 see abstract -----	5

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1992)

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/US 94/11510

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE-A-1467730	20-02-69	CH-A- 478566 GB-A- 1111789 NL-A- 6515437 US-A- 3479429	30-09-69  27-07-66 18-11-69
EP-A-0522624	13-01-93	AU-A- 1938092 CA-A- 2072805 JP-A- 5186313 NZ-A- 243359	11-03-93 03-01-93 27-07-93 27-04-94
EP-A-0549267	30-06-93	AU-A- 3030192 CA-A- 2085639 JP-A- 5255115	24-06-93 21-06-93 05-10-93
EP-A-0566442	20-10-93	CA-A- 2092973 JP-A- 6009339	01-10-93 18-01-94
EP-A-0602902	22-06-94	JP-A- 6184441	05-07-94
WO-A-9406400	31-03-94	AU-B- 4922093 CN-A- 1092282	12-04-94 21-09-94

Form PCT/ISA/218 (patent family sheet) (July 1993)

---

フロントページの続き

(81) 指定国 EP(AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AP(KE, MW, SD, SZ), AM, AU, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CZ, EE, FI, GE, HU, JP, KG, KP, KR, KZ, LK, LR, LT, LV, MD, MG, MN, NO, NZ, PL, RO, RU, SI, SK, TJ, TT, UA, UZ, VN

(72) 発明者 ウォーリング, デイビッド ウイリアム  
アメリカ合衆国メリーランド州、パークトン、アンドリュース、コート、2

(72) 発明者 レザーバリー, ネイル キャンベル  
アメリカ合衆国メリーランド州、パルチモア、ウェスト、プラット、ストリート、519、アパートメント、309

(72) 発明者 ピーターソン, チェリル リン  
アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナチ、ビンセンズ、コート、630